

### Verfahren zum Flüssigreinigen von Gegenständen

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Flüssigreinigen von Gegenständen.

5

10

15

20

25

30

In der Praxis stellen sich an den unterschiedlichsten Stellen Reinigungsaufgaben, sei es zum Reinigen von Gegenständen aus Metall, Glas, Keramik, Kunststoff oder Verbundstoffen von Verschmutzungen zur Wiederverwendung der Gegenstände in sauberem Zustand, beispielsweise im Krankenhaus- oder Haushaltsbereich, sei es zum Reinigen von Gegenständen innerhalb von Fertigungsprozessen, in denen die Prozeßtechnik, wie Lackieren, Löten, Schweißen usw. saubere Oberflächen fordert, oder sei es zum Reinigen von Textilien, um nur einige Beispiele zu erwähnen. Dabei müssen unterschiedlichste Verschmutzungen entfernt werden, beispielsweise anorganischer Schmutz, wie Pigmentschmutz oder Schmutz mit ionischen Salzen, der gut von Wasser entfernt wird, organischer Schmutz in Form von Rückständen von Speisen, Fetten, Läpp- und Polierpasten, Lötpasten, Klebern usw., sowie unterschiedlichste Kombinationen der beispielhaft genannten Schmutzarten.

Für jeweilige Schmutzarten gibt es unterschiedlichste Lösungsmittel, die den jeweiligen Schmutz besonders gut lösen, wobei solche Lösungsmittel nicht nur teuer sind, sondern häufig auch eine schlechte Umweltverträglichkeit aufweisen, so daß mit ihnen möglichst sparsam umgegangen werden muß.

Aus der DE 199 08 434 A1 ist ein Verfahren zum Flüssigreinigen von Gegenständen bekannt, bei dem die zu reinigenden Gegenstände in intensive Berührung mit einer Reinigungsflüssigkeit gebracht werden, die ein organisches Lösungsmittel mit guten Lösungseigenschaften für den zu entfernenden Schmutz aufweist und die in Form einer Emulsion des Typs Lösungsmittel in Wasser vorliegt. Mit einer solchen wässrigen Emulsion läßt sich trotz verhältnismäßig kleiner Konzentrationen des Lösungsmittels organischer Schmutz als auch, wegen des Wassergehalts, anorganischer Schmutz wirksam entfernen. Entfernter Schmutz soll sich an der Oberfläche der Reinigungsflüssigkeit absetzen und von dort abgezogen werden, damit die Reinigungsflüssigkeit bzw. das darin enthaltene Lösungsmittel nur wenig nachgeschärft werden muß.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zum Flüssigreinigen von Gegenständen zu schaffen, mit dem ausgezeichnete Reinigungswirkungen erzielt werden und bei dem die Menge an erforderlichem Lösungsmittel bzw. Lösungsmitteln oder organischen Komponenten weiter vermindert wird.

5

Diese Aufgabe wird mit den Merkmalen des Hauptanspruchs gelöst.

Die Erfindung nutzt die aus der genannten DE 199 08 434 A1 bekannte Erkenntnis, daß Reinigungsflüssigkeiten mit wenigstens zwei Komponenten, die auf die jeweilige Verschmutzung abgestimmt sind, dann besonders effizient reinigen, wenn die beiden Komponenten unter bestimmten ersten Bedingungen, beispielsweise unter bestimmten Druck- und Temperaturbedingungen, in den vorhandenen Konzentrationen eine Mischungslücke bilden.

Für Definitionszwecke wird im Folgenden unter "Mischung" ein aus zwei oder mehreren Molekülararten bestehendes System verstanden, dessen chemische und physikalische Eigenschaften räumlich konstant sind (homogenes System). Eine Lösung ist eine Mischung, bei der ein Stoff bzw. eine Molekülarart im Überschuß vorhanden ist. Eine Mischungslücke bilden zwei Flüssigkeiten dann, wenn sie nicht unbegrenzt miteinander mischbar sind; man erhält dann zwei flüssige Phasen, in denen die Komponenten der Flüssigkeit in unterschiedlicher Zusammensetzung vorhanden sind, beispielsweise die eine Komponente weitgehend in der einen Phase und die andere Komponente weitgehend in der anderen Phase ist. Eine Mischungslücke kann sich dadurch bemerkbar machen, daß die klare Flüssigkeit bei einer Temperaturänderung trübe wird bzw. eine Emulsion bildet, die auf die Phasentrennung hinweist. Die Trübung bzw. die Emulsion ist jedoch nicht ein notwendiges Indiz für eine Mischungslücke; es gibt sog. Mikroemulsionen, in denen die beiden Phasen derart fein verteilt sind, daß die Flüssigkeit optisch weiterhin klar ist.

Aufgrund bisher nicht voll verstandener Phänomene weist im allgemeinen eine aus zwei Komponenten zusammengesetzte Flüssigkeit im Zustand einer Mischungslücke ein besseres Reinigungsvermögen auf als die beiden einzelnen Komponenten, wenn sie rein oder hochkonzentriert nacheinander angewandt werden. Möglicherweise ist die überlegene Reinigungswirkung von im Zustand einer Mischungslücke befindlichen Flüssigkeiten durch Wechselwirkungen an den Grenzflächen zwischen den beiden Phasen und ggf. zusätzlich mechanische Effekte aufgrund der häufig mittels Ultraschall oder eines Rührwerks in deutlicher Bewegung

gehaltenen Tröpfchen bedingt. Die Verwendung der Flüssigkeit im Zustand der Mischungslücke ermöglicht somit sowohl eine hinsichtlich ihrer Reinigungswirkung als auch hinsichtlich der Zeitdauer und hinsichtlich der benötigten Mengen der einzelnen Komponenten vorteilhafte Reinigung.

5

Damit die Reinigungsflüssigkeit möglichst lange im Gebrauch bleiben kann, muß sie von den von ihr aufgenommenen Verunreinigungen befreit werden. Erfindungsgemäß geschieht das dadurch, daß die Reinigungsflüssigkeit aus dem Zustand der Mischungslücke in den Zustand einer echten Mischung, d.h. einen homogenen Zustand, gebracht wird. Aus dieser homogenen Flüssigkeit können die Verschmutzungen je nach Eigenart mittels eines Filters entfernt werden (insbesondere anorganische, pigmenthaltige Verschmutzungen) oder dadurch, daß sich die Verschmutzungen infolge ihrer von der Flüssigkeit verschiedenen Dichte am Boden oder an der Oberfläche der Flüssigkeit ansammeln und von dort abgezogen werden (insbesondere fetthaltige Verschmutzungen). Wenn eine Filterung oder ein Abscheiden der Flüssigkeit dagegen im Zustand der Mischungslücke erfolgt, wird dabei auch ein Großteil zumindest derjenigen Komponente abgetrennt, die eine jeweilige Verschmutzung in sich oder an ihrer Grenzfläche bindet.

20

Insgesamt ist durch die gezielte Umwandlung der Reinigungsflüssigkeit einerseits in den Zustand der Mischungslücke zum Reinigen und andererseits in den Zustand der echten Mischung zur Abtrennung der Verschmutzungen ein effizientes Verfahren zur Flüssigreinigung von Gegenständen geschaffen, das bei weitgehender Rezyklierbarkeit der Reinigungsflüssigkeit (Abtrennen von Verschmutzungen) eine wirksame Reinigung unterschiedlichster Gegenstände ermöglicht. Es versteht sich, daß die Zusammensetzung der Reinigungsflüssigkeit auf das jeweilige Reinigungsproblem abgestimmt wird, wobei lediglich zwingend ist, solche Komponenten auszuwählen, die unter ersten vorbestimmten Bedingungen eine Mischungslücke bilden und unter zweiten vorbestimmten Bedingungen sich mischen.

25

Mit den Merkmalen des Anspruchs 2 wird der Vorteil erzielt, daß sowohl anorganischer als auch organischer Schmutz gelöst werden können, wobei die organische Komponente häufig in verhältnismäßig kleiner Konzentration vorliegen kann und dennoch so reinigt, als wäre sie in hoher Konzentration vorhanden.

30

Eine sehr gute Reinigungswirkung für eine breite Palette von Verschmutzungsarten wird mit den Merkmalen des Anspruchs 3 erzielt, wobei zahlreiche organische Komponenten, die Moleküle mit lipophilen und hydrophilen Gruppen aufweisen, mit Wasser eine Mischungslücke bilden.

5

Mit den Merkmalen des Anspruchs 4 wird ein Reinigungsverfahren geschaffen, bei dem die Reinigungsflüssigkeit zum überwiegenden Teil aus Wasser besteht.

10

Besonders einfach ist die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens, wenn der Zustand der Mischungslücke in den Zustand der Mischung durch bloße Temperaturänderung übergeht. Andere Möglichkeiten, die beiden Zustände ineinander umzuwandeln, bestehen in einer Druckänderung, in einer besonders intensiven Agitation, z. B. mittels Ultraschall, durch eingebrachte Verunreinigungen, die zu einer Verschiebung eines Gleichgewichts führen bzw. dazu, daß ein labiler Zustand plötzlich in einen stabilen übergeht, usw.

15

Das Verfahren gemäß dem Anspruch 6 ist besonders vorteilhaft, da die Reinigungswirkung bei höherer Temperatur meistens besser ist als bei niedriger Temperatur.

20

Der Anspruch 7 kennzeichnet eine Ausführungsform des Verfahrens, die bezüglich der Schmutzabtrennung aus der Reinigungsflüssigkeit besonders wirksam ist.

25

Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich insbesondere für alle Flüssigreinigungen, bei denen keine chemische Reaktion zwischen der Verschmutzung und der Reinigungsflüssigkeit abläuft, die die molekulare Zusammensetzung der Reinigungsflüssigkeit verändert. Die Reinigungsflüssigkeit im Zustand der Mischungslücke ist ein Medium, mit dem Verunreinigungen wirksam von der verunreinigten Oberfläche in die Reinigungsflüssigkeit überführt werden. Die Umwandlung der Reinigungsflüssigkeit vom Zustand der Mischungslücke in den Zustand der homogenen Mischung ist der Schlüssel dafür, die in der Reinigungsflüssigkeit enthaltenen Verunreinigungen aus der Flüssigkeit wirksam zu entfernen.

30

Die Erfindung wird im folgenden anhand eines Beispiels und der beigelegten einzigen Figur erläutert, die eine Vorrichtung zum Durchführen des erfindungsgemäßen Verfahrens darstellt.

In dem dargestellten Beispiel sollen elektronische Bauteile von Verunreinigungen gereinigt werden, die den Widerstand zwischen Kontaktstellen beeinflussen und/oder die Bauteile feuchtigkeitsanfällig machen, da sie beispielsweise hygroskopisch sind. Solche Verschmutzungen sind beispielsweise Reste von SMD-Klebern (SMD = Surface Mounted Device),  
5    Reste von Lötpasten, Flußmittelrückstände usw. Die Reinigungsflüssigkeit, die zum Reinigen solcher Gegenstände vorteilhafterweise verwendet wird, enthält Wasser und eine organische Komponente in relativen Mengen von  $(100-x)$ -Gew.-%:  $x$  Gew.-%, wobei  $x$  im Bereich  $0 \leq 35$ , bevorzugt im Bereich  $3 \leq x \leq 25$ , besonders bevorzugt im Bereich  $4 \leq x \leq 15$  liegt. Die organische Komponente enthält bevorzugt Moleküle mit hydrophilen und lipophilen Gruppen  
10    der allgemeinen Formel  $R^1 - [X]_n - R^3$ , wobei

- $R^1$  und  $R^3$  jeweils unabhängig voneinander stehen für
  - gesättigte geradkettige  $C_1$ - $C_3$  und verzweigte  $C_3$ - $C_{18}$ -Alkylgruppen
  - ungesättigte geradkettige  $C_3$ - $C_{18}$ -Ketten
  - ungesättigte verzweigte  $C_4$ - $C_{18}$ -Ketten
  - 15    - gesättigte cyclische  $C_3$ - $C_{18}$ -Gruppen
  - ungesättigte cyclische  $C_3$ - $C_{18}$ -Gruppen;

und

- $X$  steht für  
geradkettige und verzweigte Alkenylgruppen mit bis zu 18 C Atomen

20    Im beschriebenen Beispiel enthält die Reinigungsflüssigkeit 90 Gew.-% Wasser und 10 Gew.-% Glykolether, bevorzugt Dipropylenglykolmono-n-propylether.

Die vorbestimmte Reinigungsflüssigkeit ist in einem Reinigungsbehälter 2 enthalten, von dem  
25    eine mit einer Pumpe 4 zur Steuerung der Strömungsgeschwindigkeit versehene Leitung 6 in einen Abscheidebehälter 8 führt. Der Abscheidebehälter 8 ist über einen Überlauf 9 mit einem Sammelbehälter 10 verbunden, von dem eine mit einer Pumpe 12 versehene Rücklaufleitung 14 durch eine Filtereinrichtung 16 hindurch zurück zu dem Reinigungsbehälter 2 führt. In dem Reinigungsbehälter 2 ist eine Agitationseinrichtung 16, beispielsweise ein Rührwerk  
30    und/oder eine Ultraschalleinrichtung, enthalten. Jeder der Behälter 2, 8 und 10 ist mit einer eigenen Temperiereinrichtung 18 versehen, mittels derer die Temperaturen der Behälter unabhängig voneinander auf einem vorbestimmten Wert gehalten werden können. Über dem Reinigungsbehälter 2 befindet sich eine Transporteinrichtung 20 zur Aufnahme der zu reinigenden Gegenstände.

Die Funktion der beschriebenen Vorrichtung, die insgesamt unter Umgebungsdruck arbeitet, ist folgende:

Die vorbeschriebene Reinigungsflüssigkeit ist bei Zimmertemperatur optisch klar, d.h. die  
5 Organik-Komponente bildet mit dem Wasser eine echte Mischung. Wenn die Reinigungs-  
flüssigkeit auf 40° erwärmt wird, setzt eine Trübung ein, was anzeigt, daß die Löslichkeit der  
Organik-Komponente im Wasser überschritten ist und sich ein Zwei-Phasen-System ausbil-  
det, mit organik-reichen Tröpfchen in einer kontinuierlichen wässrigen Phase. Der Reini-  
gungsbehälter 2 wird auf einer Temperatur von 40° gehalten und die in ihm befindliche Reini-  
10 gungsflüssigkeit wird mit der Agitationseinrichtung 16 intensiv verwirbelt. Die Transport-  
einrichtung 20 wird in den Reinigungsbehälter 2 abgesenkt, so daß die zu reinigenden Gegen-  
stände in intensiven Kontakt mit der im Zustand der Mischungslücke befindlichen Reini-  
gungsflüssigkeit kommen. Die Reinigungsflüssigkeit wird dabei kontinuierlich mittels der  
Pumpe 4 in den Abscheidebehälter 8 abgepumpt, der auf einer Temperatur von lediglich 20°  
15 gehalten wird, so daß die verunreinigte Reinigungsflüssigkeit dort im Zustand der echten  
Mischung vorhanden ist. Organischer Schmutz, der spezifisch leichter ist als die Flüssigkeit,  
setzt sich an der Oberfläche ab und kann mit einem Rechen 22 oder einer sonstigen Einrich-  
tung abgenommen werden. Spezifisch schwererer Schmutz setzt sich am Boden des Abschei-  
debehälters 8 ab und kann dort mittels einer nicht dargestellten, an sich bekannten Einrichtung  
20 abgezogen werden.

Aus dem Abscheidebehälter 8, in dem die im Zustand der echten Mischung befindliche Reini-  
gungsflüssigkeit möglichst wenig in Bewegung ist, läuft die Reinigungsflüssigkeit über den  
Überlauf 9 in den Sammelbehälter 10 über, der ebenfalls auf 20° gehalten wird, so daß die  
25 Reinigungsflüssigkeit im Zustand der Mischung bleibt. Aus dem Sammelbehälter 10 wird die  
Reinigungsflüssigkeit mit der Pumpe 12 abgepumpt und durchströmt eine Filtereinrichtung  
19, in der anorganischer bzw. Partikelschmutz durch Filterung entfernt wird. Die auf diese  
Weise von Verschmutzungen gereinigte Reinigungsflüssigkeit gelangt zurück in den Reini-  
gungsbehälter 2, wo sie erneut mit den zu reinigenden Gegenständen in Berührung kommt.  
30 Der Reinigungsvorgang dauert so lange, bis die Gegenstände von allen Verschmutzungen  
befreit sind, woraufhin die Transporteinrichtung 20 aus dem Reinigungsbehälter 2 entfernt  
wird.

Es versteht sich, daß die beschriebene Vorrichtung in vielfältiger Weise abgeändert werden kann. Beispielsweise kann die Transporteinrichtung 20 anschließend noch in einen Spülbehälter mit heißem Wasser und/oder einen Trocknungsbehälter bewegt werden. Des weiteren muß die Reinigungsflüssigkeit nicht zwingend kontinuierlich umgepumpt werden, sondern  
5 das Entfernen der von ihr aufgenommenen Verunreinigungen kann batch-weise geschehen.

Wie aus dem vorstehenden deutlich wird, dient die Reinigungsflüssigkeit als Transportmedium für die Verunreinigungen, indem sie diese im Reinigungsbehälter 2 von den Gegenständen entfernt und aufnimmt, anschließend im Abscheidebehälter 8 durch Abscheiden abgibt  
10 und in der Filtereinrichtung 19 durch Filterung abgibt.

Das beschriebene System kann dahingehend abgeändert werden, daß beispielsweise in einer Geschirrspülmaschine oder Waschmaschine im Reinigungsbehälter das vorbeschriebene Verfahren abläuft, die Reinigungsflüssigkeit dann aus dem Reinigungsbehälter in einen Pufferbehälter abgepumpt wird, wo sie aufbewahrt wird, während im Reinigungsbehälter nur noch Spülvorgänge ablaufen. Anschließend kann die Reinigungsflüssigkeit für die Reinigung weiterer Gegenstände wiederum in den Reinigungsbehälter zurückgepumpt werden. Auf diese Weise läßt sich die Reinigungsflüssigkeit mehrfach zum Reinigen von Gegenständen verwenden und muß nur gelegentlich nachgeschärft werden. Die abgeschiedenen Verunreinigungen können mit dem Spülwasser abgeführt werden.  
15  
20

Weitere Beispiele für die aus Wasser und einer Organikkomponente bestehende Basiszusammensetzung von Flüssigkeiten mit Mischungslücke, werden im folgenden angegeben. Dabei ist jeweils zunächst die chemische Bezeichnung der Organikkomponente angegeben, dann die Konzentration, bis zu der die Organikkomponente bei Raumtemperatur mit Wasser mischbar ist, und dann die Konzentration, bis zu der Wasser zu der Organikkomponente zugebbar und mit ihr mischbar ist. Im ersten Beispiel, Glykolether, liegt somit die Mischungslücke bei Raumtemperatur zwischen 5 % und 82 % Glykolether in 95 % bzw. 18 % Wasser. Die nachfolgende Angabe (erstes Beispiel): MPC (Multi Phase Cleaning)  
25 bei 5 % ab 29°C bezeichnet jeweils die Konzentration der Organikkomponente, mit der bei der jeweiligen Flüssigkeit vorteilhaft gearbeitet wird, und die Temperatur, oberhalb der wegen der stabilen Mischungslücke eine gute Reinigungswirkung erzielt wird. Zur vollständigen Mischung bzw. zum Abtrennen der Verschmutzungen wird die Flüssigkeit jeweils vorteilhaft auf Raumtemperatur abgekühlt. Es versteht sich, daß vorteilhaft mit  
30

Konzentrationen gearbeitet wird, die geringfügig, z. B. 0,1 bis 0,2 % unter der Konzentration liegen, bei der bei Raumtemperatur die Mischungslücke einsetzt.

Glykoether:

- 5 - Propylenglykolmonobutylether PnB  
Wasserlöslichkeit 5 %  
Wasser in PnB 18 %  
MPC bei 5 % ab 29°C
- 10 - Dipropylenglykolmono n-butylether DPnB  
Wasserlöslichkeit 4 %  
Wasser in DPnB 14 %  
MPC bei 1 % ab 23°C
- 15 - Tripropylenglykolmono n-butylether TPnB  
Wasserlöslichkeit 3 %  
Wasser in TPnB 8 %  
MPC bei 3 % ab 23°C
- 20 - Tripropylenglykolmonopropylether TPnP  
Wasserlöslichkeit 5 %  
Wasser in TPnP 12 %  
MPC bei 5 % ab 45°C
- 25 - Propylenglykolphenylether PPH  
Wasserlöslichkeit 1 %  
Wasser in PPH 6 %  
MPC bei 1 % ab 23°C
- 30 Ester / Acetate
- Propylenglykoldiacetat PGDA  
Wasserlöslichkeit 8 %  
Wasser in PGDA 4 %



MPC bei 8 % ab 23°C

- Dipropylenglykolmonoethyletheracetat DPMA

Wasserlöslichkeit 5 %

5 Wasser in DPMA 8 %

MPC bei 5 % ab 42°C

- Butylglykolacetat

Wasserlöslichkeit 1,5 %

10 Wasser in Butylglykolacetat 5 %

MPC bei 1,5 % ab 30°C

- Butyldiglykolacetat

Wasserlöslichkeit 6,5 %

15 Wasser in Butyldiglykolacetat 10 %

MPC bei 6,5 % ab 35°C

### Alkohole

20 - Cyclohexanol

Wasserlöslichkeit 3,7 %

Wasser in Cyclohexanol 7 %

MPC bei 3,7 % ab 35°C

25 - Hexylalkohol

Wasserlöslichkeit 0,6 %

Wasser in Hexylalkohol 0 %

MPC bei 10 % ab 35°C

30 - 2-Ethyl-1-hexanol

Wasserlöslichkeit 0,1 %

Wasser in 2-Ethyl-1-hexanol 0 %

MPC bei 0,1 % ab 22°C.

## Patentansprüche

1. Verfahren zum Flüssigreinigen von Gegenständen mittels einer Reinigungsflüssigkeit, die wenigstens zwei Komponenten enthält, die unter ersten vorbestimmten Bedingungen eine Mischungslücke bilden und unter zweiten vorbestimmten Bedingungen eine Mischung bilden, enthaltend folgende Schritte:

- Einstellen der ersten vorbestimmten Bedingungen,
- Flüssigreinigen der Gegenstände mit der unter den ersten vorbestimmten Bedingungen befindlichen Reinigungsflüssigkeit,
- Einstellen der zweiten vorbestimmten Bedingungen und
- zumindest teilweises Abtrennen der Verschmutzungen von der unter den zweiten vorbestimmten Bedingungen befindlichen Flüssigkeit.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die eine Komponente Wasser und die andere Komponente eine organische Komponente ist.

3. Verfahren nach Anspruch 2, wobei die organische Komponente Moleküle mit lipophilen und hydrophilen Gruppen enthält.

4. Verfahren nach Anspruch 2 wobei die Reinigungsflüssigkeit unter den zweiten vorbestimmten Bedingungen ein Zweiphasensystem mit einer kontinuierlichen wässrigen Phase und darin befindlichen Tröpfchen aus einer organikreichen Phase bildet.

5. Verfahren nach Anspruch 1 wobei sich die ersten vorbestimmten Bedingungen von den zweiten vorbestimmten Bedingungen durch die Temperatur unterscheiden.

6. Verfahren nach Anspruch 5, wobei die Temperaturen der ersten vorbestimmten Bedingungen niedriger sind als die Temperaturen der zweiten vorbestimmten Bedingungen.

7. Verfahren nach Anspruch 1 wobei die Abtrennung von Verschmutzungen aus der unter den ersten vorbestimmten Bedingungen befindlichen Flüssigkeit durch Abscheiden und/oder Filterung erfolgt.

### Zusammenfassung

Ein Verfahren zum Flüssigreinigen von Gegenständen mittels einer Reinigungsflüssigkeit, die wenigstens zwei Komponenten enthält, die unter ersten vorbestimmten Bedingungen eine Mischung bilden und unter zweiten vorbestimmten Bedingungen eine Mischungslücke bilden, enthält folgende Schritte:

- Einstellen der ersten vorbestimmten Bedingungen,
- Flüssigreinigen der Gegenstände mit der unter den ersten vorbestimmten Bedingungen befindlichen Reinigungsflüssigkeit,
- Einstellen der zweiten vorbestimmten Bedingungen und
- zumindest teilweises Abtrennen der Verschmutzungen von der unter den zweiten vorbestimmten Bedingungen befindlichen Flüssigkeit.